



①9 **BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND**



**DEUTSCHES
PATENT- UND
MARKENAMT**

⑫ **Offenlegungsschrift**
⑩ **DE 199 35 184 A 1**

⑤ Int. Cl.⁷:
C 30 B 29/06
C 30 B 15/00
C 30 B 30/04
C 30 B 15/30

⑦① Aktenzeichen: 199 35 184.8
⑦② Anmeldetag: 27. 7. 1999
④③ Offenlegungstag: 3. 2. 2000

DE 199 35 184 A 1

③④ Unionspriorität:
10-211228 27. 07. 1998 JP
⑦① Anmelder:
Nippon Steel Corp., Tokio/Tokyo, JP
⑦④ Vertreter:
Kador und Kollegen, 80469 München

⑦② Erfinder:
Kishida, Yutaka, Kawasaki, Kanagawa, JP; Ohashi,
Wataru, Kawasaki, Kanagawa, JP; Tamaki, Teruyuki,
Kawasaki, Kanagawa, JP; Takebayashi, Seiki,
Kawasaki, Kanagawa, JP

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

- ⑤④ Verfahren zur Herstellung eines Siliciumeinkristalls
⑤⑦ Beim Wachstum eines großen Siliciumeinkristalls, der nicht weniger als 100 kg wiegt, durch das Czochralski-Verfahren unter Anwendung eines Magnetfeldes wird ein Tiegel mit einem Durchmesser, der nicht kleiner als 0,7 m ist, verwendet und ein Cusp-Magnetfeld, das eine Maximalintensität von nicht mehr als 1000 Gauß an der inneren Wand des Tiegels zeigt, angewendet.

DE 199 35 184 A 1

HINTERGRUND DER ERFINDUNG

Gebiet der Erfindung

Diese Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur Herstellung eines Siliciumeinkristalls eines großen Durchmessers und großen Gewichtes durch das Czochralski-Verfahren und insbesondere auf eine Technik, die besonders das Element, das in die Schmelze aus dem Tiegel übergeht, und die Verunreinigung, die sich im Inneren des Kristalls einschließt, regelt, während der Stabilisierung des Schmelzflusses Aufmerksamkeit gewidmet wird.

Beschreibung des Standes der Technik

Seit einiger Zeit erhöht sich der Bedarf an einem Siliciumwafer, in dem der Durchmesser größer ist, als Reaktion auf die Flächenausdehnung der Halbleitergeräte. Das Kristallgewicht mit dieser Notwendigkeit übersteigt 150 kg in dem Kristall für den Wafer von 200 mm Größe und 500 kg in dem Kristall für den Wafer von 300 mm Größe. Die Herstellungstechnik derartiger Kristalle ist zwangsläufig auf das Czochralski-Verfahren beschränkt, und die maßstäbliche Vergrößerung des Prozesses wird unter Verwendung eines Tiegels einer beispiellos großen Größe durchgeführt werden.

Die Konvektion einer Siliciumschmelze, die in einem Tiegel des Czochralski-Verfahrens erzeugt wird, ist jedoch stärker, da der Tiegeldurchmesser und die Schmelztiefe erhöht werden, und außerdem wird es durch große Turbulenz begleitet. Die Turbulenz der Schmelzenkonvektion zeigt nachteilige Wirkungen auf das Kristallwachstum aus den folgenden drei Gründen.

Erstens bringt die Störung der Konvektion eine ungleichmäßige Temperaturfluktuation im Verlauf der Zeit an der Wachstumsfläche des Kristalls und zerstört gleichzeitig die axiale Symmetrie der Schmelzentemperaturverteilung. Infolgedessen wird das thermische Gleichgewicht an der Kristallwachstumsgrenzfläche gestört und das Kristallwachstum als Einkristall gehemmt.

Zweites fördert die Verstärkung der Konvektion den Transport von Verunreinigungen vom Boden eines gealterten Quarztiegels, und die Verunreinigungen machen den Kristall durch Kontaktieren des Kristalls im Wachstum polykristallin.

Drittens verursacht die Störung der Konvektion ungleichmäßige Konzentration an Sauerstoff und Dotierungssubstanz in der Siliciumschmelze. Selbst wenn ein fehlerstellenfreier Kristall erfolgreich wächst, verursacht diese Störung, daß Wafer, die vom Kristall abgeschnitten werden, ungleiche Qualität hinsichtlich der Sauerstoffkonzentration und dem Absolutwert des Widerstandes erhalten.

Als ein Weg, die nachteiligen Effekte der Konvektion der Schmelze in dem Tiegel des Czochralski-Verfahrens zu beschränken, schlägt JP-B-02-12920 ein Verfahren zur Unterdrückung des Siliciumschmelzflusses durch Anwenden eines statischen Magnetfeldes an der Spitze auf die Schmelze. Dieses Verfahren wird beansprucht, um dem Kristall eine verbesserte Form zu verleihen durch Unterdrücken der Störung der Konvektion aufgrund der Lorentz-Kraft und durch Schützen des Kristalls vor Verschmutzung durch die Verunreinigungen, die vom Tiegel transportiert werden, durch Unterdrücken der thermischen Konvektion, die in radialer Richtung auftritt. Diese Veröffentlichung führt kurz ein Arbeitsbeispiel an, das die Offenbarung dieser Wirkung durch Unterdrücken der Menge von Gitterdefekten in einem GaAs-Kristall vorgibt.

JP-A-01-282.185 und JP-B-08-18.898 zeigen, daß sogar in einem Siliciumeinkristall die Anwendung eines Cusp-Magnetfeldes die Sauerstoffkonzentration in dem Kristall durch Unterdrücken der Schmelzenkonvektion regelt.

Es ist inzwischen demonstriert worden, daß die Unterdrückung der Konvektion in der Siliciumschmelze durch die Anwendung eines statischen Magnetfeldes zur Beeinträchtigung des Homogenisierungseffektes der Kristallqualität durch die Kristallrotation führt. Das japanische Patent Nr. 2.706.165 schlägt eine Vorrichtung zur Unterdrückung der Stärke der vertikalen Komponente des Magnetfeldes direkt unter einem Kristall vor.

Es ist nicht sicher zu folgern, daß der Mechanismus zur Unterdrückung der Konvektion durch die Anwendung eines Cusp-Magnetfeldes in genau derselben Weise auf eine Siliciumschmelze einer großen Menge, die einige hundert Kilogramm übersteigt, wirkt. Diese Behauptung basiert auf den folgenden Gründen.

Erstens füllt die Menge der Siliciumschmelze in dem Tiegel, die in den in JP-B-08-18.898, dem japanischen Patent Nr. 2.706.165 und JP-01-282.185 angegebenen Arbeitsbeispielen verwendet werden, kurz auf 1 kg in den ersten beiden Fällen und 34 kg in dem letzten Fall. Diese Mengen sind um nicht weniger als eine Dezimalstelle kleiner als die der Schmelze, die bei der Herstellung des Kristalls für 200 mm- oder 300 mm-Siliciumwafer verwendet wird.

Zweitens sind die Ausmaße des Effektes der Anwendung des Magnetfeldes nicht beim Ändern der Magnetfeldstärke und der Behältergröße und Variieren der physikalischen Konstanten der Rohmaterialschmelze wie Viskosität, räumlicher Ausdehnungskoeffizient, elektrische Leitfähigkeit und Dichte eindeutig quantifiziert worden.

Drittens ist durch das konkrete Experiment der Temperaturmessung der Siliciumschmelze, die durch das Czochralski-Verfahren hergestellt wurde, entdeckt worden, daß in einem großen Tiegel die axiale Symmetrie der Konvektion in dem Tiegel drastisch das erforderliche Ausmaß des Zustandes der baroklinen Welle (Kishida et al.: J. Crystal Growth (1992) und Watanabe et al.: J. Crystal Growth (1993)), des Zustandes der geostrophischen Turbulenz (JP-A-09-255.790) und des Zustandes der harten Turbulenz und weichen Turbulenz (Togawa et al.: J. Crystal Growth (1996) und JP-A-08-259.379) stört. Infolgedessen unterscheidet sich die Form des Flusses der zu regelnden Siliciumschmelze von denen, die in den Techniken der Anwendung des oben erwähnten Cusp-Magnetfeldes dargestellt werden.

ZUSAMMENFASSUNG DER ERFINDUNG

Diese Erfindung, die zum Zweck des Lösen des Problems initiiert wurde, das bei der Herstellung eines Siliciumein-

kristalls einer großen, 100 kg übersteigenden Größe auftritt, richtet sich auf das Bereitstellen eines Verfahrens zur Stabilisierung des Siliciumschmelzflusses und das Zulassen der Herstellung eines großen, von Qualitätsunterschieden freien Siliciumeinkristalls mit einer hohen Produktivitätsrate.

Um den oben erwähnten Gegenstand zu erreichen, liefert diese Erfindung ein Verfahren zur Herstellung eines Siliciumeinkristalls, das auf dem Czochralski-Verfahren basiert, das die Schritte Erhitzen und Einschmelzen dem Rohmaterials das in einem Tiegel enthalten ist, um eine Siliciumschmelze herzustellen, einmal Eintauchen eines Keimkristalls, der aus einem Siliciumeinkristall gebildet wurde, in die Siliciumschmelze und dann Herausziehen des Keimkristalls aus der Siliciumschmelze und auf diese Weise Induzieren des Wachstums eines Siliciumeinkristalls in Nachfolge des hinteren Endes des Keimkristalls umfaßt, wobei das Verfahren gekennzeichnet ist durch die Verwendung eines Tiegels mit einem Innendurchmesser von nicht weniger als 0,7 m und Ausführen des Wachstums des Siliciumeinkristalls während des Anwendens eines Cusp-Magnetfeldes, dessen Maximalstärke an der inneren Wand des Tiegels nicht mehr als 1000 Gauß ist.

Weiterhin ist es zum Zwecke der Stabilisierung des Flusses in der Siliciumschmelze empfehlenswert, besagten Tiegel so rotieren zu lassen, daß er der folgenden Formel (1) oder (2) genügt:

$$W^3 0,8 \times \exp(-B/1000) \times D^{-7/2} \quad (1)$$

$$W^3 4,5 \times \exp(-B/1000) \times d^{9/4} \times \Delta T^{3/4} \times D^{-2} \quad (2)$$

worin W die Drehzahl des Tiegels pro Minute (rpm), B die Maximalstärke des Magnetfeldes (Gauß) an der inneren Wand des Tiegels, D den Innendurchmesser (m) des zu verwendenden Tiegels, d die größte Tiefe der Siliciumschmelze in dem Tiegel und ΔT die Differenz (°C) zwischen der Temperatur an der Mitte des Bodens des Tiegels und der Temperatur an der Mitte der Oberfläche der Siliciumschmelze darstellt.

Diese Erfindung verhindert bei der Herstellung eines Siliciumeinkristalls einer großen Größe, die 100 kg übersteigt, durch ein Magnetfeld, daß der Fluß der Siliciumschmelze gestört wird, und läßt die Herstellung eines großen, von Qualitätsunterschieden freien Einkristalls mit einer hohen Produktivitätsrate zu.

Insbesondere beschränkt diese Erfindung die Wirkung eines Magnetfeldes ausschließlich auf die Grenzfläche des Tiegels, anstatt den Fluß durch das Gesamtvolumen der Siliciumschmelze zu unterdrücken, und vermeidet deshalb die Notwendigkeit zur Verwendung einer Vorrichtung, die zur Erzeugung eines starken Magnetfeldes fähig ist, und erlaubt eine Verringerung der Ausrüstungskosten.

Die Gegenstände, Merkmale und Vorteile der vorliegenden Erfindung, außer den oben erwähnten, werden aus der folgenden Beschreibung der bevorzugten Ausführungen deutlich.

KURZE BESCHREIBUNG DER ZEICHNUNGEN

Fig. 1 ist ein Graph, der die Beziehung zwischen der Maximalintensität, B (Gauß), eines angewendeten Cusp-Magnetfeldes an der inneren Wand eines Tiegels und dem quadratischen Mittel der Temperaturfluktuation, DT (°C), an der mittleren Position der Oberfläche der Siliciumschmelze zeigt.

Fig. 2 ist ein teilweiser Querschnitt, der die typische Konstruktion einer Ausführung einer Vorrichtung zur Herstellung eines Siliciumeinkristalls veranschaulicht, die bei dem Verfahren zur Herstellung eines Siliciumeinkristalls gemäß dieser Erfindung verwendet wird.

BESCHREIBUNG DER BEVORZUGTEN AUSFÜHRUNG

Nachstehend wird nun diese Erfindung ausführlicher unter Bezug auf die bevorzugten Ausführungen beschrieben.

Das Herstellungsverfahren gemäß dieser Erfindung verwendet beim Wachstum eines Siliciumeinkristalls durch das allgemein Czochralski-Verfahren (CZ) genannte Verfahren, das das Wachstum durch Ziehen eines Einkristalls aus der Rohmaterialschmelze erreicht, einen Tiegel mit einem großen Innendurchmesser von nicht weniger als 0,7 m und wendet ein Cusp-Magnetfeld an, dessen Maximalstärke B an der Innenwand des Tiegels nicht mehr als 1000 Gauß ist.

In dem großen Tiegel mit nicht weniger als 0,7 m Innendurchmesser, der zum Bewirken der vorliegenden Erfindung verwendet wird, besitzt die Siliciumschmelze extrem hohe Instabilität in Abwesenheit eines Magnetfeldes und erfährt sich völlig ausreichenden Rührens und wird in zwei Bereiche geteilt, das heißt, einen dünnen Grenzschichtbereich, der in Kontakt mit der inneren Wand des Tiegels gehalten wird, und einen Massebereich, der ihn ausschließt. In dem erstgenannten Grenzschichtbereich wird der Siliciumfluß an der äußersten Oberfläche des Tiegels immobilisiert und die Störung des Massebereiches wird abgeschwächt, scheinbar gemeinsam mit der Immobilisierung. Der Transport des Sauerstoffs und der Verunreinigungen von der Oberfläche der inneren Wand des Tiegels wird in geschwindigkeitsbestimmender Weise in dem Grenzschichtbereich zerstreut. Der Transport wird in dem Verhältnis unterdrückt, wie die Grenzschicht in der Dicke zunimmt. In den letzteren Massenbereichen wird der Fluß gleichmäßig gestört, und die Temperatur in der Schmelze und die Konzentrationen an Sauerstoff und Dotierungssubstanz werden homogenisiert.

Übrigens nimmt, wenn der Tiegel einen Innendurchmesser von nicht weniger als 0,7 m hat, der Fluß der Siliciumschmelze in dem Tiegel den oben erwähnten Zustand an. Folglich braucht dem Tiegel keine obere Grenze, insbesondere hinsichtlich des Innendurchmessers D, auferlegt zu werden. Von den Standpunkten der Konstruktion einer Vorrichtung zum Ziehen des Einkristalls usw. kann jedoch der Innendurchmesser D des Tiegels typischerweise einen Bereich annehmen, der in den ungefähren Bereich von nicht weniger als 0,7 m und nicht mehr als 2,0 m fällt.

Das Cusp-Magnetfeld, das ein Magnetfeld ist, das während des Wachstums eines Siliciumeinkristalls durch Herstellungsverfahren gemäß dieser Erfindung angewendet wird, besitzt die Radiallinie der Magnetkraftkonfiguration, so daß sie axialsymmetrisch zur Tiegeldrehachse ist und daß die Kraft ein Minimum nahe der Kristallwachstumsgrenzfläche wird. Dann ist die Magnetfeldverteilung so, daß die Magnetfeldstärke entfernt von der Kristallwachstumsgrenzfläche zunimmt und daß sie ein Maximum an der Innenwand des Tiegels, in dem die Schmelze gebildet wird, wird. Diese Magnetfeldverteilung kann durch Anbringen von Spulen, in denen Ringströme in zueinander entgegengesetzten Richtungen an

der oberen und unteren Stelle des Tiegels so fließen, daß sie sich gegenüberstehen, in einer Vorrichtung zum Ziehen eines Einkristalls gebildet werden, wie sie in beispielsweise JP-B-02-12.920 angeordnet sind. Diese Erfindung braucht jedoch nicht besonders die Anordnung und die Konstruktion des zu verwendenden Magnets zu unterscheiden, solange das Cusp-Magnetfeld wie erforderlich gebildet werden kann.

In dem Grenzflächenbereich der Schmelze in dem Tiegel nimmt die Grenzschicht in der Dicke zu, weil die Anwendung eines Magnetfeldes die Entstehung der Lorentz-Kraft hervorbringt und verursacht, daß der Fluß stärker durch die Grenze des Tiegels eingeschränkt wird. Aufgrund dieser Tatsache ist es möglich, die Lösungskontamination des Sauerstoffs vom Tiegel zu der Schmelze zu unterdrücken und zu unterdrücken, daß die Verunreinigung sich zu dem Massebereich bewegt. Da die Lorentz-Kraft etwa zum Ausgleich der Zähigkeitskraft, die auf die Schmelze ausgeübt wird, für die oben erwähnte Einschränkung ausreicht, ist das angewendete Magnetfeld mit einer Intensität von einigen hundert Gauß vollkommen effektiv.

Es ist inzwischen bekannt, daß, wenn ein statisches Magnetfeld, auf den Fluß einer leitfähigen Flüssigkeit, die durch Turbulenz homogenisiert wird, angewendet wird, dieser Fluß einen ungeordneten Zustand erhält und Zerstörung der Homogenität erleidet (Libchaber et al.: Physica 7D (1983)). In einem großen Tiegel beläuft sich die Unterdrückung der Konvektion durch ein Magnetfeld, wie in JP-B-02-12.920 und dem japanischen Patent Nr. 2.706.165 vorgeschlagen, auf nichts als die Zerstörung des Massebereiches, der durch die Turbulenz homogenisiert wird.

Die Beziehung zwischen der Temperaturfluktuationsbreite der Schmelzenoberfläche und der Intensität des Magnetfeldes, die in einem großen Tiegel mit, 0,7 m Innendurchmesser gemäß des Verfahrens von JP-A-08-259.381 bestimmt wird, ist in Fig. 1 gezeigt. Genauer gesagt veranschaulicht Fig. 1 die Beziehung zwischen der Maximalstärke B (Gauß) eines angewendeten Cusp-Magnetfeldes auf die innere Wand eines Tiegels und dem quadratischen Mittel der Temperaturfluktuation, ΔT ($^{\circ}\text{C}$), an der mittleren Position der Schmelzenoberfläche. Hier wird die Temperaturfluktuation der Schmelzenoberfläche aus einer Änderung über einen Zeitraum von 10 min unter der Temperaturbedingung in dem Keimkristall, der durch die Technik gemäß JP-A-08-259.381 eingetaucht wird, gefunden.

Der Inhalt der Offenbarung von JP-A-08-259.381 betrifft zusammenfassend ein Verfahren, daß das Beobachten der zweidimensionalen Verteilung der Strahlungsenergie, die von der Schmelzenoberfläche emittiert wird, mit einem zweidimensionalen Abbildungsgerät wie einer CCD-Kamera, die sich an dem oberen Teil der Schmelze befindet das Umwandeln des hergestellten Bilds in ein elektrisches Signal, das, Umwandeln dieses elektrischen Signals in Temperaturdaten, dadurch Erhalten einer zweidimensionalen Temperaturverteilung an der Oberfläche der Siliciumschmelze und das Messen der Änderung der Verteilung entlang des Verlaufes der Zeit umfaßt. Das Verfahren ermöglicht die optimale Umgebung für das Wachstum des Kristalls, das durch Einstellen der Betriebsbedingung, die auf der zweidimensionalen Temperaturverteilung an der Schmelzenoberfläche und dessen Änderung entlang des Verlaufes der Zeit basiert, die wie oben beschrieben angenommen worden ist, schnell und fehlerfrei erhalten wird. Der Inhalt von JP-A-08-259.381 ist wegen der Verbindung hierin enthalten.

Es ist aus Fig. 1 deutlich zu erkennen, daß die Temperaturfluktuation der Schmelze abrupt zunimmt, wenn die Maximalintensität des Magnetfeldes 1000 Gauß übertrifft. Das heißt, die Anwendung eines übermäßigen statischen Magnetfeldes, das 1000 Gauß übertrifft, wird unternommen, damit der Schmelzfluß instabil wird und sich die Heterogenität der Temperatur und der Sauerstoffkonzentration in der Schmelze schlechter vermehrt, und der gute Effekt wird nicht auf das Kristallwachstum übertragen. In dem Massebereich, der in dem großen Tiegel Turbulenz erzeugt, ist es deshalb wichtig, die Magnetfeldstärke so zu verringern, damit der Einfluß des Magnetfeldes im größtmöglichen Umfang unterdrückt wird.

Damit die dämpfende Kraft des Magnetfeldes ausschließlich auf die Grenzfläche der Schmelze, die in Kontakt mit der inneren Wand des Tiegels gehalten wird, wirkt und damit die Unterdrückung des Schmelzflusses auf etwas anderes als die Grenzfläche vermieden wird, darf das Cusp-Magnetfeld, das in dieser Erfindung angewendet wird, keine Maximalintensität, die 1000 Gauß übersteigt, an der inneren Wand des Tiegels haben.

Die Maximalstärke des Magnetfeldes an der inneren Wand des Tiegels kann ziemlich klein sein, solange wie die dämpfende Kraft auf die Grenzfläche der Schmelze, die in Kontakt mit der inneren Wand des Tiegels, wie oben erwähnt, gehalten wird, ausgeübt werden kann. Wenn die Maximalintensität des Magnetfeldes an der inneren Wand des Tiegels so klein ist, daß sie kurz auf beispielsweise 20 Gauß fällt, hört der Effekt der Anwendung des Magnetfeldes bei der Regelung des Flusses der Siliciumschmelze im wesentlichen auf zu existieren, mit dem möglichen Ergebnis, daß von dem hergestellten Einkristall nicht erwartet werden wird, daß er verbesserte Qualität und Produktivität erlangt. Es ist besonders bevorzugt, die Maximalintensität des Cusp-Magnetfeldes an der inneren Wand des Tiegels typischerweise auf einen ungefährten Bereich von 20 bis 500 Gauß eingestellt wird.

Weiterhin kann, wenn die Anwendung der magnetischen Feldstärke schwach ist, die Störung des Schmelzflusses durch Einstellen der Drehzahl des Tiegels homogenisiert werden, um so das Auftreten geostrophischer Turbulenz in der Schmelze zuzulassen. Durch Verwendung dieses Merkmals des Flusses kann die Wahrscheinlichkeit der Siliciumschmelze, zu einem Einkristall zu wachsen, und die Homogenisierung der Qualität des Kristalls erhöht werden. Um die geostrophische Turbulenz in der Siliciumschmelze, die in den Tiegel gehalten wird, auszulösen, wird die Beziehung zwischen dem Innendurchmesser D (m) des zu verwendenden Tiegels, die Drehzahl W (rpm) des Tiegels pro Minute und die Maximalstärke B (Gauß) des Magnetfeldes an der inneren Wand des Tiegels so eingestellt, daß sie der Formel genügt.

$$W^3 0,8 \times \exp(-B/1000) \times D^{-7/2} \quad (1).$$

Dann kann die Wahrscheinlichkeit der Schmelze, zu einem Einkristall zu wachsen, und die Homogenisierung der Qualität des Kristalls weiter durch Unterdrücken der Tiefe d (m) der Schmelze und Entwickeln eines Verfahrens zum Isolieren oder Erhitzen des tieferliegenden Teils des Ofens, wodurch die Differenz ΔT ($^{\circ}\text{C}$) der Temperatur zwischen der Oberfläche der Siliciumschmelze und des Bodenteils des Tiegels entlang der Mittelachse des Tiegels verringert wird, und Gelingen der Beziehung, die durch die folgende Formel dargestellt ist, erhöht werden.

DE 199 35 184 A 1

$$W^3 4,5 \times \exp(-B/1000) \times d^{9/4} \times \Delta T^{3/4} \times D^{-2} \quad (2).$$

Um der Erwähnung willen, sind typische Beziehungen zwischen der minimalen , Drehzahl des Tiegels und der Maximalstärke des Magnetfeldes an der inneren Wand des Tiegels, die zum Ausführungen bevorzugten Modi, die den zuvor erwähnten Beziehungen (1) und (2) (in dem Fall von $\Delta T = 50^\circ\text{C}$ und $d = 0,25 \text{ m}$) in den Tiegeln variierender Größen genügen, nötig sind, in Tabelle 1 gezeigt. 5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

Tabelle 1

| Innendurchmesse r des Tiegels (inch) | Innendurchmesse r des Tiegels (m) | Maximale Magnetfeld- stärke an der inneren Wand des Tiegels (Gauß) | Minimale Drehzahl des Tiegels (rpm) gemäß der Verhältnismisgleichung (1) | Minimale Drehzahl des Tiegels (rpm) gemäß der Verhältnismisgleichung (2) bei $\Delta T = 50^\circ \text{C}$, $d = 0,25 \text{ m}$ |
|--|--------------------------------------|--|--|---|
| 28' | 0,70 | 100 | 2,52 | 6,91 |
| 32' | 0,80 | 100 | 1,58 | 5,29 |
| 36' | 0,90 | 100 | 1,05 | 4,18 |
| 40' | 1,00 | 100 | 0,72 | 3,38 |
| 48' | 1,20 | 100 | 0,38 | 2,35 |
| 28' | 0,70 | 300 | 2,07 | 5,65 |
| 32' | 0,80 | 300 | 1,29 | 4,33 |
| 36' | 0,90 | 300 | 0,86 | 3,42 |
| 40' | 1,00 | 300 | 0,59 | 2,77 |
| 48' | 1,20 | 300 | 0,31 | 1,92 |
| 28' | 0,70 | 600 | 1,53 | 4,19 |
| 32' | 0,80 | 600 | 0,96 | 3,21 |
| 36' | 0,90 | 600 | 0,63 | 2,53 |
| 40' | 1,00 | 600 | 0,44 | 2,05 |
| 48' | 1,20 | 600 | 0,23 | 1,43 |

Kurz gesagt zieht diese Erfindung das Beschränken des Effektes des statischen Magnetfeldes in dem Czochralski-Verfahren in Erwägung, die zu der Anwendung eines Magnetfeldes ausschließlich auf die Funktion der Erhöhung der Dicke der Grenzschicht und Regeln des Flusses in dem Massebereich durch die Turbulenz, die in einem großen Tiegel stattfindet, vorzugsweise die geostrophische Turbulenz, die durch Erhöhung der Drehzahl des Tiegels ausgelöst wird, greift.

Fig. 2 veranschaulicht eine Ausführung einer Vorrichtung zur Herstellung eines Siliciumeinkristalls, die in dem Verfahren gemäß dieser Erfindung verwendet wird. Die Konstruktion der Vorrichtung zur Herstellung und das Verfahren der Herstellung eines Siliciumeinkristalls durch die Verwendung einer Vorrichtung, wie sie hierin veranschaulicht wird, beabsichtigen, das Verständnis dieser Erfindung, zu fördern. Es ist durch jeden Fachmann leicht zu verstehen, daß diese Erfindung nicht auf den, Aspekt der hierin veranschaulichten Ausführung beschränkt ist, und es wird, möglich sein, viele Modifikationen und Änderungen an solch einer Ausführung innerhalb des Umfangs dieser Erfindung zu machen, die nur durch die beigefügten, Ansprüche beschränkt ist.

Eine Vorrichtung zur Herstellung eines Siliciumeinkristalls, wie in Fig. 2 veranschaulicht, wird, mit Bauelementen zum Schmelzen von Silicium einem Mechanismus zum Ziehen des Siliciumkristalls usw. ausgestattet. Die Bauelemente zum Schmelzen von Silicium sind in einer Heizkammer 2a enthalten, und der Mechanismus zum Ziehen des Siliciumeinkristalls ist innerhalb und außerhalb einer Ziehkammer 2b angeordnet. Eine Zwischenkammer 2c ist zwischen der Heizkammer 2a und der Ziehkammer 2c eingeschoben.

Ein Tiegel 3 zur Aufnahme der Siliciumschmelze M ist im Inneren der Heizkammer 2a vorgesehen. Dieser Tiegel 3a wird mittels einer Drehwelle 5 auf einer Antriebsvorrichtung (nicht gezeigt) so getragen, daß er frei rotiert und angeho-

ben wird. Die Antriebsvorrichtung hebt den Tiegel 3 so weit an, um einen Abfall des Flüssigkeitsniveaus aufgrund des Ziehens des Siliciumeinkristalls S zu kompensieren, und dreht den Tiegel 3 bei einer bestimmten Drehzahl so daß die Siliciumschmelze M geführt wird.

Die Drehwelle durchdringt die Heizkammer 2a. Diese Drehwelle wird, um eine luftdichte Sperre für die Kammer 2 bereitzustellen und den Dienst selbst unter extrem niedrigen Temperaturbedingungen zu erfüllen, durch ein Speziallager (nicht gezeigt) aufgenommen.

Der Tiegel 3 setzt sich aus einem Quarztiegel 3a und einem Graphittiegel 3b zusammen, der angebracht ist, um den Quarztiegel 3a zu schützen, wie in der herkömmlichen Vorrichtung gezeigt.

Um die Seitenfläche des Tiegels 3 ist eine Heizvorrichtung 4 zum Schmelzen des Siliciums so angeordnet, daß sie den Peripherie des Tiegels 3 umfaßt.

An der anderen Seite der Heizvorrichtung 4 ist ein Isoliermaterial 12, um zu verhindern, daß die Wärme von der Heizvorrichtung direkt in die Heizkammer 2a strahlt, so angeordnet, daß sie die Peripherie der Heizvorrichtung umgibt.

Die Heizvorrichtung 4 und das Isoliermaterial 12 sind an einem Träger 16 befestigt. Dieser Träger 16 ist aus einem Material mit sehr hoher thermischer Beständigkeit.

Die Ziehkammer 2b ist mit einem Ziehdraht 8 ausgestattet, der an einem Ende an einer Drahtwickelvorrichtung 11 festgemacht ist, und das andere freihängende Ende von ihm führt durch die obere Wand eines Deckenteils 6a der Zwischenkammer 2c und reicht in den Raum in der Heizkammer 2a hinein. An dem unteren Ende dieses Ziehdrahtes 8 ist ein Futter 10 zum Halten eines Keimkristalls 9 festgemacht.

Die Drahtwickelvorrichtung 11 zieht den Siliciumeinkristall S, der allmählich unter der unteren Seite des Keimkristalls 9 wächst, proportional zur Geschwindigkeit seines Wachstums und rotiert gleichzeitig konstant in zur Rotationsrichtung des Tiegels 3 entgegengesetzter Richtung.

Argongas wird durch einen Gaseinlaß 13 eingeführt, der in dem Gehäuseteil der Ziehkammer 2b gebildet ist. Das Argongas wird nach Durchfluß durch das Innere der Heizkammer 2a durch einen Abgasauslaß 14 abgeführt.

Der Durchfluß des Argongases, der wie oben beschrieben bewerkstelligt wird, durchs das Innere der Kammer 2 ist beabsichtigt, die Siliciumschmelze gegen mögliches Eindringen von dem SiO-Gas und dem CO-Gas, das in der Kammer 2 infolge der Verschmelzung des Silicium durch die Heizvorrichtung 4 erzeugt wird, wie oben beschrieben, zu schützen.

Außerdem ist in der Außenseite der Heizkammer 2a eine Vorrichtung zum Anwenden eines Magnetfeldes 60 so befestigt, damit es möglich wird, das Cusp-Magnetfeld auf die Schmelze anzuwenden, wobei die Vorrichtung 60 aus Spulen besteht, die so angeordnet sind, daß sie die Heizkammer 2a in der oberen und unteren Position zu dem Tiegel 3, der in Kammer angebracht ist, umgeben, und Ringströme in zueinander entgegengesetzten Richtungen fließen läßt.

Die Herstellung eines Siliciumeinkristalls gemäß dieser Erfindung kann auf der Basis des CZ-Verfahrens unter Verwendung der eben beschriebenen Herstellungsvorrichtung durchgeführt werden. Der Ziehvorgang selbst umfaßt, wie allgemein bekannt, Erhitzen und Schmelzen von Rohmaterialien wie polykristallinem Silicium und gegebenenfalls zugegebener Dotierungssubstanz, die in dem Tiegel 3 enthalten sind, folglich herstellen der Siliciumschmelze M, einmal Eintauchen eines Keimkristalls 9, der aus einem Siliciumeinkristall gebildet wurde, in die Siliciumschmelze und dann Herausziehen des Keimkristalls aus der Siliciumschmelze, auf diese Weise Induzieren des Wachstums eines Siliciumeinkristalls in Nachfolge des hinteren Endes des besagten Keimkristalls. Der wachsende Siliciumeinkristall wird unmittelbar nach Beginn des Wachstums vorübergehend eingeeengt, um so Fehlstrukturen zu eliminieren, dann läßt man ihn auf einen gewünschten Durchmesser durch allmähliches Verringern der Ziehgeschwindigkeit und/oder der Temperatur der Siliciumschmelze ausdehnen und ihn danach in einem erforderlichen Durchmesser bis zu einem erforderlichen Gewicht oder einer erforderlichen Länge weiter wachsen. In dieser Erfindung muß das Cusp-Magnetfeld nicht immer über den gesamten Zeitraum von dem Zeitpunkt, bei der die Siliciumschmelze hergestellt wird, bis zu dem Zeitpunkt, bei dem das Wachstum des Einkristalls beendet ist, angewendet werden, da die Anwendung des Magnetfeldes für die Qualitätskontrolle des für das Produkt verwendbaren Teils getan wird. Folglich kann es während des Zeitraumes, in dem der Einkristall in einem gewünschten Durchmesser herausgezogen wird, angewendet werden. Weiterhin kann es in einem speziellen Teil des Zeitraumes, in dem der Einkristall in einem erforderlichen Durchmesser herausgezogen wird, beispielsweise der letzten Hälfte des Zeitraumes, angewendet werden.

Es kann leicht durch jeden Fachmann verstanden werden, daß zum Zwecke des Einstellens der erforderlichen Kühlbedingungen des Kristalls zu dem Zeitpunkt, zu dem der Kristall herausgezogen wird, verschiedene Kühlvorrichtungen, Isoliervorrichtungen und Heizvorrichtungen, die hierzu in der Technik bekannt sind, und die, verschiedenen bekannten, bei dem CZ-Verfahren angewendeten Techniken wie die Technik zum Regeln der Temperaturverteilung, die Technik zum Regeln des Flusses der Siliciumschmelze und die Technik zum Regeln der Atmosphäre ohne Abweichung vom Umfang und Wesensart dieser Erfindung anwendbar sind.

Das Herstellungsverfahren gemäß dieser Erfindungen muß nicht besonders die anderen Bedingungen als den Durchmesser des Tiegels und das angewendete Magnetfeld wie beispielsweise die Ziehgeschwindigkeit des Einkristalls, die Drehzahl des Einkristalls und des Tiegels, das atmosphärische Gas und den Druck unterscheiden.

Nun wird die Erfindung nachstehend durch Darstellung konkreter Arbeitsbeispiele dieser Erfindung ausführlicher beschrieben. Die unten angegebenen Arbeitsbeispiele beabsichtigen einzig und allein, das klare Verständnis des Inhaltes dieser Erfindung sicherzustellen. Die Erfindung ist in keiner Weise auf die angegebenen Beispiele beschränkt.

BEISPIELE

- 10 In Tiegeln, 0,61 m (24 inch) und 0,71 m (28 inch) Innendurchmesser, wurde Rohmaterialsilicium geschmolzen, um eine Siliciumschmelze in entsprechenden Breiten von 280 mm und 300 mm herzustellen. Die Siliciumschmelzen wurden dem Probewachstum des Siliciumeinkristalls unter variierten Bedingungen der Drehzahl des Tiegels und der Maximalkraft des angewendeten Cusp-Magnetfeldes an der inneren Wand des Tiegels unterworfen. Unter verschiedenen Testbedingungen wurden die Kristalle im Wachstum auf das quadratische Mittel der Temperaturfluktuation an der mittleren Position der Oberfläche der Siliciumschmelze während 10 Minuten unmittelbar vor dem Eintauchen des Keimkristalls gemäß dem in JP-A-08-25.938 (wie oben erwähnt) offenbarten Verfahren; die Wahrscheinlichkeit eines Kristalls mit 15 320 mm Durchmesser, der als Einkristall wächst; die Sauerstoffkonzentration an dem mittleren Punkt eines Wafers, der von dem oberen Ende des Teils mit konstantem Durchmesser des als Einkristalls gewachsenen Kristalls abgeschnitten wurde, und die Sauerstoffkonzentration an dem mittleren Punkt eines Wafers, der von einer Position 800 mm unterhalb in Richtung des Kristallwachstums, von dem oberen Ende des Teils mit konstantem Durchmesser abgeschnitten wurde, 20 getestet. Die Testergebnisse sind zusammen in Tabelle 2 gezeigt. In Kontrolle 1 wurde, da ein Kristall, dessen Teil mit konstantem Durchmesser eine 600 mm übersteigende Länge hat, aufgrund der Begrenzung der Tiegelkapazität nicht wachsen konnte, die Differenz der Sauerstoffkonzentration in Richtung des Kristallwachstums mit den Werten der Sauerstoffkonzentration an einer Position 600 mm unter dem oberen Ende des Teils mit konstantem Durchmesser bewertet.
- 25 Die Wahrscheinlichkeit des Wachstums als Einkristall wurde unter Durchführung mit bis zu 10 Wiederholungen des relevanten Tests erhalten. Die Sauerstoffkonzentration in einem Wafer wurde durch Abschneiden einer Probe von einem gewachsenen Einkristall, Polieren der Probe zu einer spiegelnden Oberfläche und Messen der Sauerstoffkonzentration durch das Fouriertransformations-Infrarotabsorptions-Verfahren FT-IR-Verfahren) und Berechnen der Konzentration, basierend auf dem Sauerstoffkonzentrationsumsetzungskoeffizienten, aufgestellt von der Japan Electronic Industry Development Association, erhalten.
- 30
- 35
- 40
- 45
- 50
- 55
- 60
- 65

Tabelle 2

| | Ktr. 1 | Bsp. 1 | Bsp. 2 | Ktr. 2 | Bsp. 3 | Bsp. 4 | Bsp. 5 | Bsp. 6 | Ktr. 3 |
|---|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| Innendurchmesser des Tiegels (m) | 0,61 | 0,71 | 0,71 | 0,71 | 0,71 | 0,71 | 0,71 | 0,71 | 0,71 |
| Tiefe der Schmelze (mm) | 280 | 300 | 300 | 300 | 300 | 300 | 300 | 300 | 300 |
| Gewicht der Schmelze (kg) | 160 | 230 | 230 | 230 | 230 | 230 | 230 | 230 | 230 |
| Drehzahl des Tiegels (rpm) | 3 | 1 | 3 | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 |
| maximale Feldstärke an der inneren Wand des Tiegels (Gauß) | 300 | 100 | 100 | 0 | 100 | 300 | 600 | 900 | 1500 |
| Temperaturfluktuation an der mittleren Stelle der Schmelzenoberfläche (°C Standardabweichung) | 7,4 | 6,0 | 5,8 | 5,3 | 5,3 | 5,4 | 5,5 | 5,8 | 7,2 |
| Wahrscheinlichkeit als Einkristall zu wachsen (%) | 20 | 70 | 75 | 90 | 90 | 90 | 80 | 70 | 0 |
| Sauerstoffkonzentration an dem oberen Ende des Teils mit konstantem Durchmesser des gewachsenen Kristalls (x E17 Atome/cm ³) | 11,2 | 8,4 | 8,9 | 11,5 | 9,0 | 8,1 | 7,7 | 7,5 | - |
| Sauerstoffkonzentration an der Position 800 mm unterhalb des oberen Endes des Teils mit konstantem Durchmesser des gewachsenen Kristalls (x E17 Atome/cm ³) | (7,8)* | 7,0 | 6,7 | 7,3 | 6,8 | 6,9 | 6,9 | 6,9 | - |
| Differenz der Sauerstoffkonzentration zwischen dem oberen Ende und der Position 800 mm unterhalb (x E17 Atome/cm ³) | (4,4)* | 2,4 | 2,2 | 4,2 | 1,2 | 1,2 | 0,8 | 0,6 | - |
| Erfüllung der Bedingung des angewendeten konventionen Magnetfeldes | Nein | Ja | Ja | Nein | Ja | Ja | Ja | Ja | Nein |
| Erfüllung der Bedingung für den geostrophisch turbulenten Fluß der Verhältnisleistung (1) | Nein | Nein | Ja | Ja | Ja | Ja | Ja | Ja | Nein |
| Erfüllung der Bedingung für den geostrophisch turbulenten Fluß der Verhältnisleistung (1) | Nein | Nein | Nein | Ja | Ja | Ja | Ja | Ja | Nein |

* Bewertet an der Position 600 mm unterhalb

Die Kontrolle 1 stellt den Fall der Anwendung eines Magnetfeldes, das ein Maximum von 300 Gauß auf die innere Wand des Tiegels ausübt, auf einen Tiegel mit 0,61 m (24 inch) Innendurchmesser dar. Der hierin verwendete Tiegel erfüllte nicht die Bedingung des Durchmessers des Tiegels, der von der vorliegende Erfindung in Erwägung gezogen wurde. Infolgedessen wurde der Massebereich nicht ausreichend homogenisiert und die Anwendung des Magnetfeldes

beeinträchtigte den stabilen Zustand der Siliciumschmelze. Folglich wurde die Temperatur an der Oberfläche der Siliciumschmelze weit variiert, und die Wahrscheinlichkeit eines Kristalls, als Einkristall zu wachsen, war so gering wie 20%.

In Beispiel 1 wurde ein Tiegel mit 0,71 m (28 inch) Innendurchmesser verwendet, das Maximum des Magnetfeldes an der inneren Wand des Tiegels auf 100 Gauß und die Drehzahl des Tiegels auf 1 rpm eingestellt. Dieses Beispiel genügte dem Durchmesser des Tiegels und der Bedingung des angewendeten Magnetfeldes gemäß dieser Erfindung. Es genügte den Verhältnisgleichungen (1) und (2) als bevorzugteren Bedingungen dieser Erfindung nicht, die eine geostrophische Turbulenz auslösen, weil die Drehzahl des Tiegels so gering wie ein 1 rpm war. Obwohl die Temperaturfluktuation an der Oberfläche der Siliciumschmelze deshalb ziemlich groß war, war die Wahrscheinlichkeit eines Kristalls, als Einkristall zu wachsen, 70%, eine relativ hohe Größenordnung. In dem gewachsenen Kristall war in diesem Fall die Differenz der Sauerstoffkonzentration an dem oberen Ende des Teils mit konstantem Durchmesser und an der Position 800 mm darunter $2,4 \times 10^{17}$ Atome/cm³. Die Variierung der Richtung des Kristallwachstums war vorteilhaft klein.

Beispiel 2 ist ein Fall, in dem die Drehzahl des Tiegels 3 rpm unter den in Beispiel 1 einbezogenen Bedingungen betrug. Folglich genügte es den Bedingungen zur Auslösung der in der Verhältnisgleichung (2) beschriebenen geostrophischen Turbulenz. In diesem Fall war die Wahrscheinlichkeit eines Kristalls, als Einkristall zu wachsen, so hoch wie 90%, und die Differenz der Sauerstoffkonzentration in Richtung der Länge des Kristalls war $2,2 \times 10^{17}$ Atome/cm³, eine lobenswerte Größenordnung.

Kontrolle 2, Beispiele 3 bis 6 und Kontrolle 1 verwendeten jeweils einen Tiegel mit 0,71 m (28 inch) Innendurchmesser. Sie hinterließen ausnahmslos eine Verringerung der Differenz der Temperatur zwischen dem Boden und der Oberfläche eines Tiegels unter 20°C durch Erhöhen der Isolierkapazität in einem Tiegel durch Ändern des Isoliermaterials in dem in den Beispielen 1 und 2 verwendeten Tiegel. Da die Maximaltiefe der Siliciumschmelze in dem Tiegel auf 300 mm und die Drehzahl des Tiegels auf 6 rpm eingestellt wurde, genügten diese Beispiele den Bedingungen zur Auslösung einer in der Formel (2) beschriebenen geostrophischen Turbulenz.

In Kontrolle 2 war, obwohl die Wahrscheinlichkeit eines Kristalls, als ein Einkristall zu wachsen, so hoch wie 90% war, die Verschmelzung des Sauerstoffs von der Oberfläche der inneren Wand des Tiegels stark, die Sauerstoffkonzentration an dem oberen Ende des typischen Teils des Kristalls so hoch wie $11,5 \times 10^{17}$ Atome/cm³ und die Differenz der Sauerstoffkonzentration in Richtung der Länge des Kristalls so hoch wie $4,2 \times 10^{17}$ Atome/cm³, weil die magnetische Feldstärke 0 Gauß war.

In den Beispielen 3 bis 6 war die Maximalstärke des Magnetfeldes 100, 300, 600 bzw. 900 Gauß. Die Temperaturfluktuation an der Oberfläche der Siliciumschmelze, die sich im Verhältnis wie die Intensität des Magnetfeldes ausweitete, erhöhte sich. Die Wahrscheinlichkeit eines Kristalls, als ein Einkristall zu wachsen, war nicht weniger als 70%, selbst in Beispiel 6, das die Anwendung eines Magnetfeldes von 900 Gauß einbezog. Die Sauerstoffkonzentration im Kristall war im Vergleich zu Kontrolle 2 auffällig gering.

In Kontrolle 3 wuchs, obwohl die Maximalintensität des Magnetfeldes auf 1500 Gauß eingestellt wurde, kein Kristall als Einkristall, weil die Anwendung eines Magnetfeldes zu einer Beeinträchtigung der Stabilität der Temperaturfluktuation an der Oberfläche der Siliciumschmelze führte.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines Siliciumeinkristalls, das auf dem Czochralski-Verfahren basiert, das die Schritte Erhitzen und Einschmelzen des Rohmaterials, das in einem Tiegel enthalten ist, um eine Siliciumschmelze herzustellen, einmal Eintauchen eines Keimkristalls, der aus einem Siliciumeinkristall gebildet wurde, in besagte Siliciumschmelze und dann Herausziehen besagten Keimkristalls aus besagter Siliciumschmelze und auf diese Weise Induzieren des Wachstums eines Siliciumeinkristalls in Nachfolge des hinteren Endes des besagten Keimkristalls umfaßt, wobei das Verfahren gekennzeichnet ist durch die Verwendung eines Tiegels mit einer Innendurchmesser von nicht weniger als 0,7 m und Ausführen des Wachstums besagten Siliciumeinkristalls während des Annehmens eines Cusp-Magnetfeldes, dessen größte Intensität an der inneren Wand besagten Tiegels nicht mehr als 1000 Gauß ist.

2. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß besagter Siliciumkristall durch Rotieren des besagten Tiegels unter der Bedingung, die der Beziehung des folgenden Terminus genügt, gezogen wird:

$$W^3 0,8 \times \exp(-B/1000) \times D^{-7/2}$$

worin W die Drehzahl des besagten Tiegels pro Minute (rpm), B die Maximalstärke des Magnetfeldes (Gauß) an der inneren Wand des Tiegels und D den Innendurchmesser (m) dem Tiegel darstellt.

3. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß besagter Siliciumkristall durch Rotieren des besagten Tiegels unter der Bedingung, die der Beziehung des folgenden Terminus genügt, gezogen wird:

$$W^3 4,5 \times \exp(-B/1000) \times d^{9/4} \times \Delta T^{3/4} \times D^{-2}$$

worin W die Drehzahl des besagten Tiegels pro Minute (rpm), B die Maximalstärke des Magnetfeldes (Gauß) an der inneren Wand des Tiegels, d die Maximaltiefe der Siliciumschmelze in dem Tiegel, ΔT die Differenz (°C) der Temperatur zwischen der Mitte des Bodenteils des Tiegels und der Mitte der Schmelzenoberfläche und D den Innendurchmesser (m) des Tiegels darstellt.

4. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Maximalintensität des besagten Magnetfeldes an der inneren Wand des besagten Tiegels im Bereich von 20 bis 500 Gauß ist

5. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Innendurchmesser des besagten Tiegels im Be-

DE 199 35 184 A 1

reich von 0,7 bis 2,0 m ist.

Hierzu 2 Seite(n) Zeichnungen

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

- Leerseite -

FIG.1

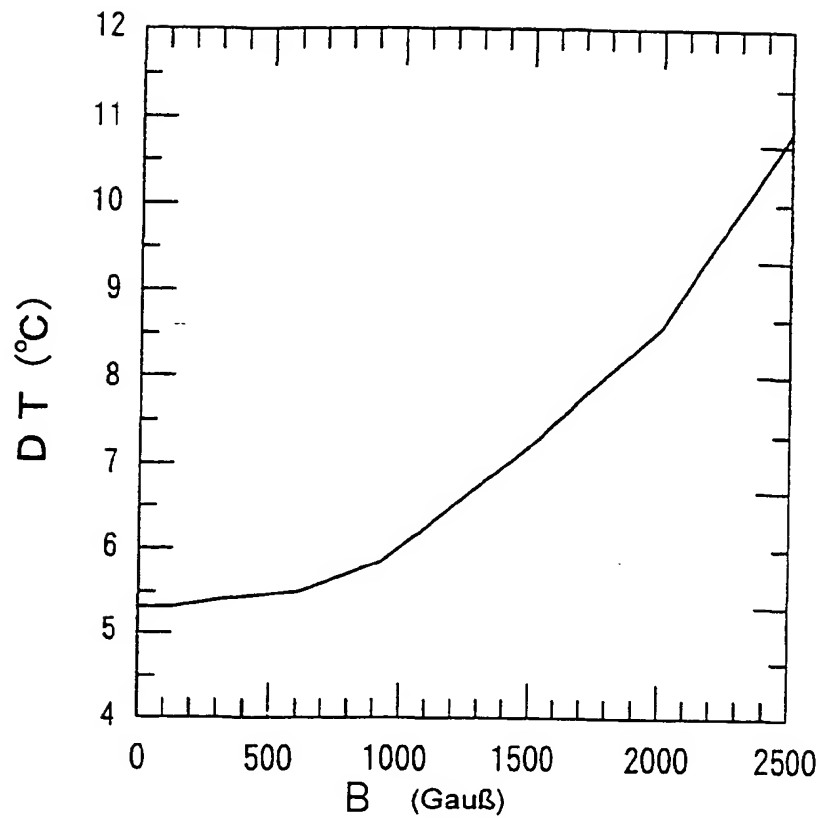


FIG.2

